

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 04354872  
PUBLICATION DATE : 09-12-92

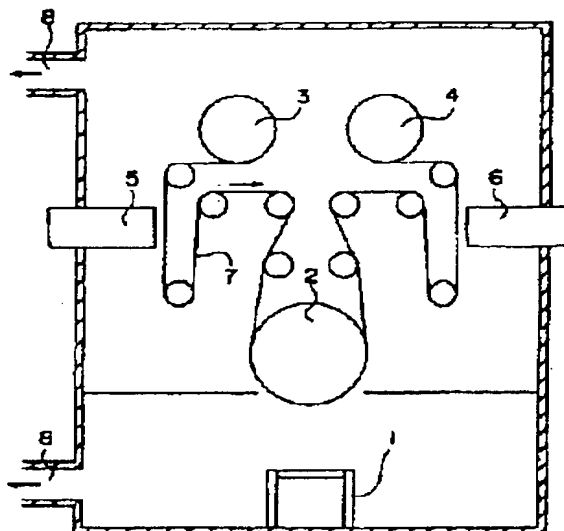
APPLICATION DATE : 31-05-91  
APPLICATION NUMBER : 03129682

APPLICANT : TOPPAN PRINTING CO LTD;

INVENTOR : MIYAMOTO TAKASHI;

INT.CL. : C23C 14/56 C23C 14/54

TITLE : METHOD FOR FORMING FILM IN  
VACUUM AND DEVICE THEREFOR



ABSTRACT : PURPOSE: To form the thin film of an almost colorless oxide of Al, Mg, etc., while confirming its thickness on a real-time basis by irradiating with X-rays the compd. capable of generating deposited on a traveling long-sized transparent plastic film.

CONSTITUTION: A long-sized plastic film 7 is rewound from a roll 3 in an evacuated space, cooled by a roll 2, wound on a roll 4 and continuously traveled. Meanwhile, a compd. (Al oxide, Mg oxide, etc.) contained in a source 1, constituting a thin film, exhibiting no absorptivity in the visible region and generating fluorescent X-rays is heated, and the vapor is brought into contact with the film 7 traveling along the roll 2 surface and deposited on its surface. The thin film on the film 7 is irradiated with X-rays by a film thickness detector 6 of fluorescent X-ray spectroscopy, and a fluorescent X-ray of shorter wavelength than the irradiation X-rays is generated. Since a higher-intensity fluorescent X-ray is generated as the film is thickened, the intensity is measured to detect the film thickness.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-354872

(43) 公開日 平成4年(1992)12月9日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

C 2 3 C 14/56  
14/54

識別記号

庁内整理番号

8414-4K

8414-4K

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平3-129682

(22) 出願日 平成3年(1991)5月31日

(71) 出願人 000003193

凸版印刷株式会社  
東京都台東区台東1丁目5番1号

(72) 発明者 佐々木 昇

東京都台東区台東一丁目5番1号 凸版印刷株式会社内

(72) 発明者 宮本 隆司

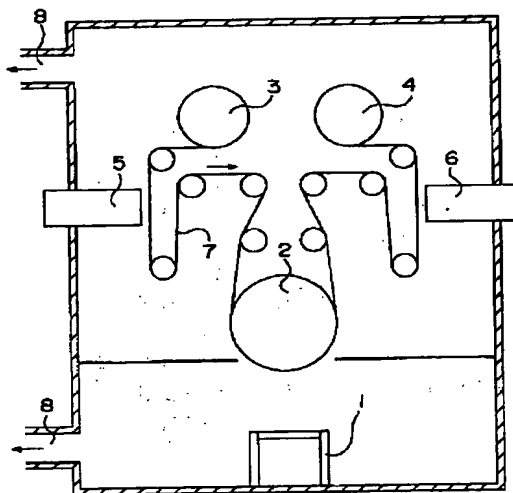
東京都台東区台東一丁目5番1号 凸版印刷株式会社内

(54) 【発明の名称】 真空製膜方法及び真空製膜装置

(57) 【要約】

【目的】 アルミニウム酸化物やマグネシウム酸化物等の透明な化合物を長尺のプラスチックフィルム上に連続的に製膜するに際し、リアルタイムでその膜厚を測定する方法を提供する。

【構成】 製膜した透明化合物薄膜にX線を照射し、薄膜から生じた蛍光X線強度を測定して、その膜厚に換算する。



(2)

特開平4-354872

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】長尺の透明プラスチックフィルムを真空系内で連続的に走行させながら、長尺の透明プラスチックフィルムの表面を可視光線に対して透明でX線照射により蛍光X線を生じる化合物の蒸気に接触させてこの化合物を透明プラスチックフィルム上に堆積させる製膜工程と、X線を照射して、この薄膜から発生した蛍光X線のX線強度を測定し、このX線強度から上記化合物の膜厚を算出する膜厚検出工程の両工程を、その走行経路中で行うことを特徴とする真空製膜方法。

【請求項2】密閉可能でかつ密閉された空間内全体を真空状態に維持することのできる真空製膜装置の上記空間内に、長尺フィルムの走行経路に沿って配置された長尺フィルムの巻き出しロール、冷却ロール及び巻取りロールを有し、この冷却ロールの下方に可視光線に対して透明でX線照射により蛍光X線を生じる化合物を収容するソースとこのソース内部の透明化合物を加熱して蒸発させる加熱源を有し、長尺フィルムの走行経路に沿って冷却ロールと巻取りロールの間長尺フィルム上に堆積された上記化合物の膜厚を検出する膜厚検出装置を有し、この膜厚検出装置が上記化合物の薄膜にX線を照射するX線照射装置、薄膜から発生した蛍光X線のX線強度を測定する強度測定装置及び測定した蛍光X線強度から薄膜の厚さを算出する算出装置から成ることを特徴とする真空製膜装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は真空製膜方法及び真空製膜装置に関する。更に詳しくはアルミニウム酸化物やマグネシウム酸化物等の透明化合物の薄膜を透明プラスチックフィルム上に製膜するに際し、製膜された薄膜の厚みをリアルタイムに確認しながら製膜する方法と、これに使用する装置に関する。

【0002】

【従来の技術】従来から長尺の透明プラスチックフィルムを真空系内を走行させながらその表面に一酸化珪素等の透明化合物の薄膜を製膜する方法は良く知られており、得られる透明フィルムは酸素等の各種の気体に対して遮断性を有することから、食品用の包装材料等に使用されている。この一酸化珪素薄膜はその膜厚によって物性が異なることから、真空系内で製膜すると共に、その同じ真空系内に膜厚測定装置を設けてリアルタイムに膜厚を測定し、仮に所望の膜厚が得られていない場合には長尺の透明プラスチックフィルムの走行速度を変化させて膜厚を変更している。

【0003】かかる一酸化珪素は、透明とはいっても僅かに可視光線の短波長側に吸収があって着色している。このため、この吸収波長の光線を照射してその透過率を測定することにより上記膜厚は算出できる。

【0004】しかしながら、この僅かな着色は透明遮断

2

性フィルムとしては欠陥でもあり、食品の包装材料として使用した場合には、内容物の色を外部から正確に把握できないという欠点がある。一方、アルミニウム酸化物やマグネシウム酸化物の薄膜は可視領域にほとんど吸収がなく、ほぼ完全な無色で、しかも一酸化珪素薄膜に勝るとも劣らない気体遮断性を有することから、一酸化珪素の薄膜に代わる薄膜として期待されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、この無色透明なアルミニウム酸化物やマグネシウム酸化物の薄膜は、無色透明な性質のために可視光線による膜厚測定ができず、一旦真空系内で製膜した後、真空系内から外気中に取り出して膜厚を測定していた。このため、仮に所望の膜厚と異なる薄膜が製膜されていた場合でも、リアルタイムにその事実を把握することができず、大量の不良品を製造する結果となっていた。

【0006】そこで、本発明は製膜されたアルミニウム酸化物やマグネシウム酸化物の薄膜の厚みをリアルタイムに確認しながら製膜する方法と、これに使用する装置を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】この目的を達成するため、請求項1記載の発明は、長尺の透明プラスチックフィルムを真空系内で連続的に走行させながら、長尺の透明プラスチックフィルムの表面を可視光線に対して透明でX線照射により蛍光X線を生じる化合物の蒸気に接触させてこの化合物を透明プラスチックフィルム上に堆積させる製膜工程と、X線を照射して、この薄膜から発生した蛍光X線のX線強度を測定し、このX線強度から上記化合物の膜厚を算出する膜厚検出工程の両工程を、その走行経路中で行うことを特徴とする真空製膜方法を提供する。

【0008】また、請求項2記載の発明は、密閉可能でかつ密閉された空間内全体を真空状態に維持することのできる真空製膜装置の上記空間内に、長尺フィルムの走行経路に沿って配置された長尺フィルムの巻き出しロール、冷却ロール及び巻取りロールを有し、この冷却ロールの下方に可視光線に対して透明でX線照射により蛍光X線を生じる化合物を収容するソースとこのソース内部の透明化合物を加熱して蒸発させる加熱源を有し、長尺フィルムの走行経路に沿って冷却ロールと巻取りロールの間長尺フィルム上に堆積された上記化合物の膜厚を検出する膜厚検出装置を有し、この膜厚検出装置が上記化合物の薄膜にX線を照射するX線照射装置、薄膜から発生した蛍光X線のX線強度を測定する強度測定装置及び測定した蛍光X線強度から薄膜の厚さを算出する算出装置から成ることを特徴とする真空製膜装置を提供する。

【0009】以下図面を参照して本発明を説明する。図1は本発明に係る真空製膜装置の説明図である。図2は本発明に係る方法に係る膜厚検出装置の説明図である。

3

【0010】図1において、装置全体は真空ポンプ8により真空吸引可能であり、またこの真空ポンプ8による真空吸引孔を除き、密閉されている。真空ポンプ8は、その薄膜形成材料である化合物の種類等に応じ、 $10^{-3}$  ~  $10^{-6}$  Torr. の真空度に維持できる程度のものを使用すれば良い。

【0011】密閉されることにより真空状態に維持される空間内には、長尺の透明プラスチックフィルム7を連続的に走行できる設備が設けられており、この設備は巻き出しロール3、冷却ロール2、巻取りロール4と、必要に応じて適宜これらのロール2、3、4の間に設けられた案内ロールやテンションコントロールのためのダンサーロール等から成る。図1には、巻き出しロール2に透明プラスチックフィルム7の巻取りが装着され、この走行経路に従って走行して、巻取りロール4に巻取りつつある状態を示してある。

【0012】冷却ロール2の下方には、薄膜を構成する化合物を収容したソース1が配置されており、この化合物としては可視領域に実質的に吸収を示さず、X線照射により蛍光X線を生じるアルミニウム酸化物やマグネシウム酸化物等が使用できる。ソース1には図示しない加熱源が設けられており、ソース1に収容された化合物を加熱して、蒸発させる。ソース1も真空系内に存在することから加熱温度に比較的低温で良い。加熱源としては電気抵抗によるヒーター、電子線等が使用できる。化合物蒸気は冷却ロール2表面を走行する透明プラスチックフィルム7と接触してこの表面に堆積する。

【0013】また、冷却ロール2は適当な冷却設備により冷却されている。加熱されて蒸発した化合物の蒸気は高温であることから、この蒸気が透明プラスチックフィルム7に接触した時に冷却させて固化させ、この透明プラスチックフィルム7上に化合物を堆積させてその薄膜を製膜させるためである。また、透明プラスチックフィルム7は高温の化合物蒸気の接触により損傷を受けることがあるから、この損傷を防ぐためにも冷却ロール2を冷却しておくことが望ましい。冷却は、例えば、冷却ロール7内部に設けられた空洞に冷媒を循環することにより可能である。

【0014】製膜された薄膜の膜厚をリアルタイムに測定するため、透明プラスチックフィルム7の走行経路に沿ってこの冷却ロール2と巻取りロール4の間にいわゆる蛍光X線分析法による薄膜の膜厚検出装置6が設けられている。この膜厚検出装置6の周辺は図2に示されている。すなわち、膜厚検出装置6は窓部61を通して透明プラスチックフィルム7の薄膜にX線を照射するX線照射装置62を有し、このX線照射装置62から照射したX線により薄膜を構成する化合物は励起し、照射したX線より波長の短いX線（蛍光X線）を発生する。蛍光X線の波長と進行方向は薄膜に含まれる原子に特有のものであり、最も蛍光X線の強度が大きい進行方向（ピー

4

ク角度）が存在する。薄膜の膜厚に応じてこの蛍光X線の強度は異なり、厚い薄膜ほど高強度の蛍光X線が発生する。なお、膜厚検出装置6の窓部61は、厚さ5  $\mu$ m以下の薄いポリエステルフィルムまたはポリプロピレンフィルムで覆われていることが望ましい。

【0015】膜厚検出装置6は薄膜から発生した蛍光X線のピーク角度方向にこれを分光する分光装置63を有する。この分光装置63は発生した蛍光X線を他の波長のX線から分離して蛍光X線のみを取り出すためのもので、周知の分光結晶や半導体検出器等が使用できる。また膜厚検出装置6は分光装置を介して分光された蛍光X線のみを受光してその強度を測定する測定装置64を有する。測定装置としては比例計数管、シンチレーション計数管、半導体検出器等が使用できる。また、膜厚検出装置6は測定装置64に接続し、測定した蛍光X線の強度から膜厚を算出する算出装置（図示せず）を有する。算出装置としては周知のCPU等が使用できる。

【0016】図1に示す真空製膜装置では、透明プラスチックフィルム7の走行経路に沿って巻き出しロール3と冷却ロール2の間にも膜厚検出装置5が設けられている。この膜厚検出装置5は薄膜製膜前の透明プラスチックフィルムにX線を照射して反射蛍光X線強度を測定し、膜厚検出装置6から得られたデータを0点補正するためのもので、膜厚検出装置6と同様のものが使用でき、一台の算出装置を膜厚検出装置5と膜厚検出装置6で共用することもできる。

【0017】この真空製膜装置は、巻き出しロール3から長尺透明プラスチックフィルム7を巻き出し、その走行経路に従って冷却ロール2を通過し、巻取りロール4に巻き取られる。巻き出しロール3と冷却ロール2の間で膜厚検出装置5により薄膜製膜前の透明プラスチックフィルム7による蛍光X線強度を測定し、冷却ロール2位置で薄膜が製膜される。次いで冷却ロール2と巻取りロール4の間で膜厚検出装置6により蛍光X線強度を測定し、膜厚検出装置5と膜厚検出装置6の両データを測定して薄膜膜厚を検出する。仮に、検出された膜厚が所望の膜厚と異なる場合には、透明プラスチックフィルム7の走行速度を調節して所望の膜厚の薄膜を形成することが可能となる。

【0018】

【作用】請求項1記載の発明によれば、真空系内で透明プラスチックフィルムを連続的に走行させて薄膜製膜するとリアルタイムで膜厚を測定することができる。また、請求項2記載の発明によればこの方法に使用する装置を得ることができる。

【0019】

【実施例】以下実施例により本発明を説明する。

（実施例1）装置は図1及び図2に示す装置を使用した。透明プラスチックフィルムとしては長尺の厚さ12  $\mu$ mのポリエステルフィルムを使用し、予備実験により

5

一定の膜厚の薄膜が製膜される速度で走行させた。化合物としてはマグネシウム酸化物 ( $MgO$ ) を使用した。なお、X線照射装置62はターゲット金属をロジウムとするX線管で、出力は50kV、50mA、X線の照射面積は径25mmの円形、蛍光X線の分光はフタル酸タリウムの分光結晶を使用し、蛍光X線のピーク角度は42.24度、測定時間は1.0秒、測定スペクトルはMg-K $\alpha$ 線でガスフロー型比例計数管を使用した。

【0020】 薄膜の膜厚 (Å) と検出された蛍光X線の強度 (kilo count per sec) の関係を表1に示す。

【0021】

【表1】

膜厚 (Å)	X線強度 (k c p)
3100	48.75
2500	39.75
1800	31.41
1100	20.90
0	0.05

【0022】 (実施例2) 装置は図1及び図2に示す装置を使用した。透明プラスチックフィルムとしては長尺の厚さ12 $\mu$ mのポリエステルフィルムを使用し、予備実験により一定の膜厚の薄膜が製膜される速度で走行させた。化合物としてはアルミニウム酸化物 ( $Al_2O_3$ ) を使用した。なお、X線照射装置62はターゲット金属をロジウムとするX線管で、出力は50kV、50mA、X線の照射面積は径25mmの円形、蛍光X線の分光はベンタエリトリートの分光結晶を使用し、蛍光X線のピーク角度は145.28度、測定時間は1.0秒、測定スペクトルはAl-K $\alpha$ 線でガスフロー型比例計数管を使用した。薄膜の膜厚 (Å) と検出された蛍光X線の強度 (kilo count per sec) の関係を表2に示す。

(4)

特開平4-354872

6

【0023】

【表2】

膜厚 (Å)	X線強度 (k c p)
280	5.36
100	1.94
70	1.79
50	1.18
0	0.02

【0024】

20 【効果】 以上のように、請求項1記載の発明によれば、薄膜製膜とリアルタイムで膜厚を測定することができるため、透明プラスチックフィルム7の走行速度を調節して所望の膜厚の薄膜を形成することが可能となる。また、請求項2記載の発明によればこの方法に使用する装置を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

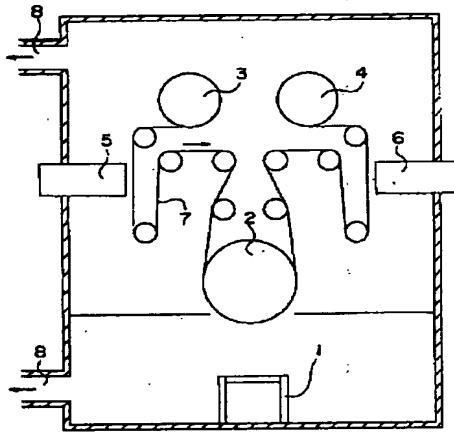
【図1】 本発明に係る真空製膜装置の説明図。

【図2】 本発明に係る方法に係る膜厚検出装置の説明図。

【符号の説明】

- 1 ソース
- 2 冷却ロール
- 3 巻き出しロール
- 4 巻取りロール
- 5 膜厚検出装置
- 6 膜厚検出装置
- 61 窓部
- 62 X線照射装置
- 63 分光装置
- 64 測定装置
- 7 長尺の透明プラスチックフィルム
- 8 真空ポンプ

【図1】



【図2】

